

Bibliographic Information

Light bactericidal soaps. Bloching, Helmut; Werner, Lothar; Schneider, Werner. (Henkel und Cie. G.m.b.H.). Ger. Offen. (1971), 8 pp. CQDEN: GWXXBX DE 2020968 19711118 Patent written in German. Application: DE 70-2020968 19700429. Priority: . CAN 76:87547 AN 1972:87547 CAPLUS (Copyright (C) 2005 ACS on SciFinder (R))

Patent Family Information

<u>Patent No.</u>	<u>Kind</u>	<u>Date</u>	<u>Application No.</u>	<u>Date</u>
DE 2020968	A	19711118	DE 1970-2020968	19700429
DE 2020968	B2	19770825		

Priority Application

DE 1970-2020968	A	19700429
-----------------	---	----------

Abstract

The title soaps of high resistance to discoloration and formation of unpleasant odor contained di-Na 4,4'-bis(2-sulfonatostyryl)biphenyl (I) [27344-41-8] whitening agent 0.01-0.05, 2-hydroxy-2',4,4'-trichlorodiphenyl ether (II) [3380-34-5] bactericide 0.5-1, Na ethylenediaminetetraacetate complex forming agent 0.23-0.54%, and 0.2-1% reducing agent, e.g. Na sulfite. Thus, an 80:20 Na soap mixt. of tallow fatty acid and coconut fatty acid contg. I 0.02, II 1, Na₂SO₃ 0.2, and Na salt of EDTA 0.23% did not significantly change its color after 5 days exposure to daylight.

BEST AVAILABLE COPY

⑤1

Int. Cl.:

C 11 d, 3/48

(7)

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



⑤2

Deutsche Kl.: 23 e, 4

Patentamt
Düsseldorf

⑩

⑪

Offenlegungsschrift 2020 968

⑫

Aktenzeichen: P 20 20 968.1

⑬

Anmeldetag: 29. April 1970

⑭

Offenlegungstag: 18. November 1971

Ausstellungspriorität: —

⑮

Unionspriorität

⑯

Datum: —

⑰

Land: —

⑱

Aktenzeichen: —

⑤4

Bezeichnung: Bactericide Seife

⑥1

Zusatz zu: —

⑥2

Ausscheidung aus: —

⑦1

Anmelder: Henkel & Cie GmbH, 4000 Düsseldorf-Holthausen

Vertreter gem. § 16 PatG: —

⑦2

Als Erfinder benannt. Bloching, Helmut, Dr. Dipl.-Chem., 4010 Hilden;
Werner, Lothar, Dr. Dipl.-Chem.;
Schneider, Werner, Dr. Dipl.-Chem.; 4150 Krefeld

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): —

DT 2020 968

2020968

P a t e n t a n m e l d u n g

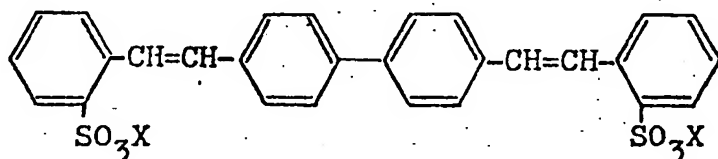
D 4108

"Bactericide Seife"

Bekanntlich haben bactericide Wirkstoffe, insbesondere halogenierte Derivate von Phenolen, Salicylsäureaniliden, Carbaniliden und Diphenylmethanen, die unerwünschte Eigenschaft, bei Seifenstücken gelbe bis bräunliche Verfärbungen hervorzurufen. Man hat schon versucht, das Aussehen derartiger Seifen durch Zusatz von Komplexmierungsmitteln sowie Reduktionsmitteln zu verbessern, jedoch nur mit mäßigem Erfolg. Es ist ferner bekannt, Seifen zwecks Farbverbesserung optische Aufheller zuzusetzen. Wie eine Nachprüfung jedoch gezeigt hat, tritt bei gleichzeitiger Anwesenheit von bactericiden Wirkstoffen in der übergroßen Mehrzahl der Fälle eine weitgehende oder vollständige Fluoreszenzlöschung auf, so daß die Aufheller wirkungslos bleiben.

Es wurde nun eine Bactericide und optische Aufheller enthaltende Seife gefunden, welche die vorgenannten Nachteile nicht besitzt. Gegenstand der Erfindung sind hellfarbige, fettsaure Alkalimetallseifen mit einem Gehalt an bactericiden Wirkstoffen und mindestens einem Reduktionsmittel aus der Klasse des Hydrazins, Hydroxylamins und der Alkalimetallsalze von Sauerstoffsäuren des zweiwertigen bis vierwertigen Schwefels, gekennzeichnet durch einen auf Seifenmenge bezogenen Gehalt an

a) 0,001 bis 1 Gew.-% eines optischen Aufhellers der Formel



in der X ein Alkalimetallion darstellt und

b) 0,1 bis 5 Gew.-% 2-Hydroxy-2',4,4'-trichlordiphenyläther.

109847/1556

- 2 -

Vorzugsweise soll der Gehalt der Seifen an Reduktionsmitteln 0,01 bis 5 Gew.%, an optischem Aufheller 0,05 bis 0,5 Gew.% und an 2-Hydroxy-2',4,4'-trichlordiphenyläther 0,5 bis 2 Gew.% betragen.

Geeignete Reduktionsmittel sind neben dem Hydrazin und Hydroxylamin, die zweckmäßigerweise als Salze der Schwefelsäure oder Salzsäure zur Anwendung kommen, die Natrium- oder Kaliumsalze von Sauerstoffsäuren des zweiwertigen und vierwertigen Schwefels, wie Natriumsulfit bzw. Natriumpyrosulfit, Natriumdithionit, Natriumsulfoxylat und Natriumthiosulfat sowie die entsprechenden Kaliumsalze. Vorzugsweise werden Sulfite bzw. Pyrosulfite verwendet.

Als Seifen kommen die Natrium- oder Kaliumsalze von 8 bis 20, vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatome enthaltenden Fettsäuren natürlichen oder synthetischen Ursprungs sowie ihre Gemische mit Harzseifen infrage. Beispiele hierfür sind aus Kokos- oder Talgfettsäuren gewonnene Seifen. Brauchbar sind ferner Seifen, die sich von den Fettsäuren des Olivenöl, Palmkernöls, Tallöls, Sojaöls, Baumwollsaatöls, Erdnußöls oder Sonnenblumenöls ableiten, wobei die in diesen Fettsäuren enthaltenen ungesättigten Anteil ggf. teilweise oder vollständig hydriert sein können. Geeignet sind ferner Seifen von Carbonsäuren, die durch Paraffinoxidation oder Oxosynthese erhältlich sind. Auch Gemische von Seifen verschiedener Herkunft sind brauchbar.

In einer bevorzugten Ausführungsform enthalten die Seifen noch komplexierend wirkende Verbindungen. Hierzu zählen die Alkalimetallsalze der Nitrilotriessigsäure, Äthylendiamintetraessigsäure, Diäthylentriaminpentaessigsäure, 1-Hydroxyäthan-1,1-diphosphonsäure, Aminotri-(methylenphosphonsäure), Äthylendiamintetra-(methylenphosphonsäure), Methylen-diphosphonsäure, Äthylendiphosphonsäure sowie der höheren Homologen der genannten Aminopolycarbonsäuren und Phosphonsäuren. Ihre Menge kann

bis zu 2 %; vorzugsweise 0,05 bis 0,5 Gew.%, bezogen auf die Seifenmenge, betragen. Durch die Anwendung der vorgenannten Komplexierungsmittel bzw. deren Gemische wird die Beständigkeit der Seifen gegen unerwünschte farbliche oder geruchliche Veränderungen verbessert.

Die Seifen können weitere übliche Mischungsbestandteile enthalten. Hierzu zählen Überfettungsmittel, Hautschutzstoffe und Bindemittel, insbesondere freie Fettsäuren, Fettalkohole, Lanolin sowie Fettsäuremono- und dialkylolamide, ferner Eiweißhydrolysate, Stärkederivate, Celluloseglykolate und Polyglykole. Weiterhin können Farb- und Duftstoffe sowie Trübungsmittel anwesend sein.

Die Seifen können als Stücke, Riegel, Stangen, Nudeln oder Flokken oder auch als Creme, beispielsweise als Rasiercreme, vorliegen und nach jedem üblichen Verfahren hergestellt und verarbeitet werden. Zweckmäßigerweise verfährt man so, daß man Seifenspäne mit dem optischen Aufheller, dem Bactericid, und den übrigen Zusatzstoffen innig vermischt und mit Hilfe von Piliervorrichtungen bzw. Strangpressen in die gewünschte Form überführt.

Die erfindungsgemäßen Seifen zeichnen sich durch eine helle Farbe, gute bactericide Wirksamkeit und eine hohe Beständigkeit gegen farbliche oder geruchliche Verschlechterungen während der Lagerung und des Gebrauchs aus.

Beispiele

In den folgenden Beispielen wurde ein zu 80 % aus Natriumtalgseife und zu 20 % aus Natrium-Cocosseife bestehendes Gemisch verwendet. Die in Form von Flocken vorliegende Seife mit einem Wassergehalt von 20 % wurde mit den Zusatzstoffen vermischt, in einer Strangpresse verformt und zu Stücken gepreßt. Der zugesetzte optische Aufheller lag als Natriumsalz vor. Die Farbwerte der Seifenstücke wurde mit Hilfe eines Photometers ("Elrepho" der Firma Carl Zeiss) unter Verwendung genormter Farbfilter bestimmt und daraus die Farbwertanteile x und y in der CIE-Normfarbtafel errechnet.

Die Messung wurde nach fünftägigem Lagern unter einer tagesslichtähnlichen Lichtquelle wiederholt.

Die Zusammensetzung der Seifenstücke, die Ergebnisse der Messung und die mit dem Auge wahrnehmbare Farbänderung sind in der folgenden Tabelle angegeben. Die Prozentangaben bedeuten Gewichtsprozent. In der Spalte "Komplexbildner" bedeutet die Abkürzung EDTA das Natriumsalz der Äthylendiaminotetraessigsäure und HDPa das Natriumsalz der 1-Hydroxy-1,1-diphosphonsäure. Im Beispiel 14 wurde ein Gemisch der beiden Komplexierungsmittel verwendet.

Die Vergleichsproben A und B enthielten keinen optischen Aufheller, während in der Vergleichsprobe C das Reduktionsmittel fehlte. In den Vergleichsproben D und E waren die mit ⁺) bezeichneten Verbindungen durch andere gebräuchliche Stoffe ersetzt worden, und zwar bestand in diesem Falle der optische Aufheller aus dem Dinatriumsalz der Bis- [(4-anilino-6-morpholino)-s-triazinyl] -4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonsäure und das Bactericid aus 3,5,4'-Tribromsalicylanilid. Sämtliche Vergleichsproben waren sowohl unmittelbar nach der Herstellung als auch nach der fünftägigen Belichtung dunkler gefärbt als die erfindungsgemäß zusammengesetzten Stücke.

109847/1556

- 5 -

ORIGINAL INSPECTED

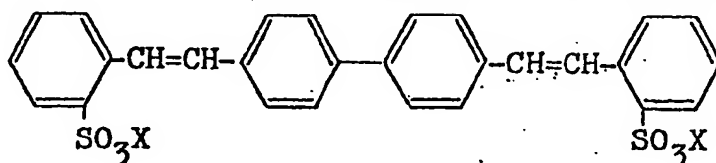
Beispiel	optischer Aufheller	Bactericid %	Reduktionsmittel %	Komplexbildner	Farbwertanteile				Farbveränderung nach 5tägiger Be- lichtung
					nach Herstellung	nach 5tägiger Belichtung	x	y	
1	0,02	1,0	0,2% Na-Sulfit	0,23% EDTA	0,321	0,340	0,330	0,338	hell nach gelblich
2	0,04	1,0	0,2% Na-Sulfit	0,27% EDTA	0,320	0,324	0,330	0,338	hell nach gelblich
3	0,03	1,0	0,2% Na-Pyrosul- fit	0,27% EDTA	0,321	0,322	0,332	0,342	hell nach gelblich
4	0,03	1,0	0,02% Na-Sulfit	-	0,325	0,325	0,345	0,352	hell nach gelb
5	0,03	1,0	1% Na-Sulfit	0,54% EDTA	0,319	0,318	0,329	0,337	unverändert hell
6	0,03	1,0	2% Na-Sulfit	0,27% EDTA	0,318	0,318	0,323	0,338	unverändert hell
7	0,03	0,5	0,5% Na-Sulfit	0,27% EDTA	0,318	0,320	0,325	0,334	unverändert hell
8	0,03	0,5	0,5% Na-Pyrosul- fit	0,27% EDTA	0,319	0,325	0,328	0,336	unverändert hell
9	0,03	0,5	0,5% Dithionit	0,27% EDTA	0,320	0,332	0,325	0,342	hell nach gelblich
10	0,03	0,5	0,5% Thiosulfat	0,27% EDTA	0,330	0,336	0,340	0,348	hell nach gelb
11	0,03	0,5	0,5% Hydrazin- sulfat	0,27% EDTA	0,331	0,335	0,337	0,340	hell nach gelblich
12	0,01	0,5	1% Na-Sulfit	0,54% EDTA	0,325	0,320	0,329	0,335	unverändert hell
13	0,03	0,5	0,5% Na-Sulfit	0,3% HDPA	0,324	0,319	0,330	0,334	unverändert hell
14	0,05	1,0	0,5% Na-Sulfit	0,27% EDTA 0,3% HDPA	0,318	0,318	0,324	0,334	unverändert hell
A	-	0,5	-	-	0,353	0,368	0,377	0,372	gelb nach rotbraun
B	-	0,5	0,2% Na-Sulfit	-	0,344	0,360	0,345	0,360	unverändert gelb
C	0,03	0,5	-	0,27% EDTA	0,327	0,336	0,374	0,357	hell nach rotbraun
D	0,03 ⁺	0,5	0,2% Na-Sulfit	-	0,350	0,362	0,375	0,365	gelb nach rotbraun
E	0,03	0,5 ⁺	0,2% Na-Sulfit	0,27% EDTA	0,340	0,355	0,345	0,380	unverändert gelb

109847/1556

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Hellfarbige, fettsaure Alkalimetallseifen mit einem Gehalt an bactericiden Wirkstoffen und mindestens einem Reduktionsmittel aus der Klasse des Hydrazins, Hydroxylamins und der Alkalimetallsalze von Sauerstoffsäuren des zweiwertigen bis vierwertigen Schwefels, gekennzeichnet durch einen auf Seifenmenge bezogenen Gehalt an

a) 0,001 bis 1 Gew. % eines optischen Aufhellers der Formel



in der X ein Alkalimetallion darstellt und

b) 0,1 bis 5 Gew. % 2-Hydroxy-2',4,4'-trichlordiphenyläther.

2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie, bezogen auf Seifenmenge, 0,01 bis 5 Gew. % an Reduktionsmitteln, 0,05 bis 0,5 Gew. % des optischen Aufhellers und 0,5 bis 2 Gew. % 2-Hydroxy-2',4,4'-trichlordiphenyläther enthalten.
3. Mittel nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie bis zu 2 Gew. % an Alkalimetallsalzen von komplexierend wirkenden Aminopolycarbonsäuren und/oder Polyphosphonsäuren enthalten.
4. Mittel nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Komplexierungsmittel aus den Alkalimetallsalzen der Äthylendi-aminotetraessigsäure und/oder der Aminotri-(methylenphosphonsäure) bestehen.

109847/1556

5. Mittel nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Reduktionsmittel aus den Natrium- oder Kaliumsalzen der schwefligen Säure bestehen.

Henkel & Cie. GmbH
ppa. i.A.

Nagel
(Dr. Nagel)

Walther
(Dr. Walther)

109847/1556

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.